

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 2642.0-86–ГОСТ 2642.14-86

(СТ СЭВ 966—78, СТ СЭВ 967—78, СТ СЭВ 970—78, СТ СЭВ 971—78, СТ СЭВ 972—78, СТ СЭВ 973—78, СТ СЭВ 974—78, СТ СЭВ 975—78, СТ СЭВ 978—78, СТ СЭВ 2214—80, СТ СЭВ 2215—80, СТ СЭВ 2216—80, СТ СЭВ 2217—80, СТ СЭВ 2219—80, СТ СЭВ 2220—80, СТ СЭВ 2885—81, СТ СЭВ 2886—81, СТ СЭВ 2887—81, СТ СЭВ 2888—81, СТ СЭВ 2890—81, СТ СЭВ 2892—81, СТ СЭВ 4545—84, СТ СЭВ 4548—84, СТ СЭВ 4549—84, СТ СЭВ 4550—84, СТ СЭВ 4551—84)

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 2642.0-86—ГОСТ 2642.14-86

(СТ СЭВ 966—78, СТ СЭВ 967—78, СТ СЭВ 970—78, СТ СЭВ 971—78, СТ СЭВ 972—78, СТ СЭВ 973—78, СТ СЭВ 974—78, СТ СЭВ 975—78, СТ СЭВ 978—78, СТ СЭВ 2214—80, СТ СЭВ 2215—80, СТ СЭВ 2216—80, СТ СЭВ 2217—80, СТ СЭВ 2219—80, СТ СЭВ 2220—80, СТ СЭВ 2885—81, СТ СЭВ 2886—81, СТ СЭВ 2887—81, СТ СЭВ 2888—81, СТ СЭВ 2890—81, СТ СЭВ 2892—81, СТ СЭВ 4545—84, СТ СЭВ 4548—84, СТ СЭВ 4549—84, СТ СЭВ 4550—84, СТ СЭВ 4551—84)

Издание официальное

Москва—1986

РАЗРАБОТАНЫ Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. В. Питак, Л. А. Коробка, А. П. Никонова, Л. М. Анисимова Л. А. Павлова

ВНЕСЕНЫ Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии **В. Г. Антипин**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1311, 1312

УДК 666.76:543.06:006.354 Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

Общие требования к методам анализа

Refractory materials and products
General requirements for methods of analysis

ОКСТУ 1509

ГОСТ 2642.0—86
(СТ СЭВ 966—78, СТ СЭВ 2214—80, СТ СЭВ 2885—81)
Взамен ГОСТ 2642.0—81

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1311 срок действия установлен

с 01.07.87
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

1. Настоящий стандарт распространяется на огнеупорные глины, каолины, кварциты, кварцевые пески, доломиты, магнезиты, талькомагнезиты, дуниты, оливиниты, серпентиниты, огнеупорные материалы, массы и изделия кремнеземистые с массовой долей двуокиси кремния 80 % и более, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, магнезиальные, магнезиально-известковые, известковые, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные, карбидкремниевые и устанавливает общие требования к методам химического анализа.

Настоящий стандарт не распространяется на анализ электротехнического периклаза.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 966–78, СТ СЭВ 2214—80, СТ СЭВ 2885–81.

2. Отбор проб производят по нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

Для химического анализа отбирают среднюю пробу массой не менее 200 г размером частиц не более 2 мм. Пробу измельчают до прохождения через сетку № 05 по ГОСТ 6613—73, перемешивают, сокращают квартованием до 50—60 г и снова измельчают до прохождения через сетку № 02 по ГОСТ 6613—73. Если в процессе измельчения проба была загрязнена металлическими частицами, их удаляют магнитом. Обработка магнитом не допускается, если проба содержит магнитные минералы.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1986

После удаления железа магнитом и тщательного перемешивания пробу сокращают методом квартования до 10—20 г и снова измельчают до прохождения через сетку № 0063 по ГОСТ 6613—73 с применением механической ступки типа СМБМ или другого механического измельчителя со сменными чашами и пестиками: агатовыми, яшмовыми, корундовыми. Пробы высокоглиноземистых, корундовых и хромсодержащих материалов подвергают окончательному измельчению в корундовой ступке с пестиком или в механической машине для истирания с помольной поверхностью из карбида вольфрама или корунда.

2.1. Пробу материала перед взятием навески высушивают при 105—110 °С до постоянной массы. Масса считается постоянной, если разница результатов двух последовательных взвешиваний после сушки в течение 30 мин не превышает 1 мг.

При определении влаги лабораторная проба не подвергается сушке.

2.2. Если в пробе содержатся органические вещества или свободный углерод, то навеску пробы предварительно прокаливают при температуре (600±20) °С.

3. Лабораторная измерительная посуда и приборы (пипетки, бюретки, мерные колбы и др.) должны соответствовать ГОСТ 1770—74, ГОСТ 20292—74 или СТ СЭВ 1247—78.

4. Применяемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже чистые для анализа (ч.д.а.). Необходимость применения реактивов более высокой квалификации и возможность применения реактивов более низкой квалификации указана в соответствующих стандартах на методы анализа.

5. Для приготовления водных растворов и при проведении анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72, проверяемую на примеси в соответствии с определяемыми компонентами.

6. Концентрацию растворов выражают: массовая концентрация — г/дм^3, г/см^3; молярная концентрация и молярная концентрация эквивалента — моль/дм^3.

7. Если в стандарте на метод анализа не указана концентрация или разбавление кислоты или водного раствора аммиака, то это — концентрированная кислота или концентрированный раствор водного аммиака.

8. В выражении «разбавленная 1:1, 1:2» и т. д. первые цифры означают объемные части кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части воды или растворителя, используемого для разбавления.

9. Термин «теплая» и «горячая» вода или раствор означают, что жидкость имеет температуру соответственно 40—75 °С и более 75 °С.

В других случаях температура воды (раствора) должна быть указана в стандартах на методы анализа.

10. Расчет массовой концентрации стандартных растворов проводят до четвертого, а соотношение между растворами до третьего десятичного знака на основании трех параллельных определений.

11. Взвешивание навесок проб, материалов для приготовления стандартных растворов, осадков проводят на лабораторных весах, имеющих погрешность взвешивания не более 0,0002 г (без учета неравноплечности) по ГОСТ 24104—80, или других, обеспечивающих заданную точность взвешивания.

12. При применении фотометрического метода анализа толщину светопоглощающего слоя кювет выбирают таким образом, чтобы получить оптимальную абсорбцию света для раствора соответствующего окрашенного соединения в зависимости от применяемого прибора.

13. Градуировочные графики строят, строго соблюдая условия проведения анализа, в прямоугольных координатах. По оси абсцисс откладывают массу определяемого элемента в граммах (милиграммах), по оси ординат — аналитический сигнал (оптическую плотность раствора, силу тока и др.).

Способ и условия построения градуировочного графика (приготовление стандартного раствора, выбор аналитического сигнала, число точек, необходимое для построения градуировочного графика и др.) указывают в соответствующем стандарте на методы анализа.

Проверку градуировочных графиков проводят периодически (не реже одного раза в квартал, а также после ремонта фотометра) по стандартным растворам.

14. Массовую долю каждого компонента в пробе определяют параллельно в двух навесках с одновременным проведением в тех же условиях контрольного опыта, за исключением ГОСТ 2642.1—86 и ГОСТ 2642.2—86, где не требуется проведение контрольного опыта.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений с учетом результата контрольного опыта.

15. Численное значение результата анализа пробы должно содержать последнюю значащую цифру в том же разряде, в котором она стоит в соответствующем значении допускаемых расхождений результатов параллельных определений.

16. При проведении анализа с целью контроля суммарной погрешности среднего результата в тех же условиях проводят анализ стандартного образца не реже одного раза в смену.

При проведении анализов с продолжительностью более одной смены анализ стандартного образца проводят с каждой партией проб.

Для контроля выбирают стандартный образец, химический состав которого не должен отличаться от состава анализируемой пробы настолько, чтобы потребовалось изменить методику проведения анализа.

17. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать величину допускаемого расхождения для доверительной вероятности $P=0{,}95$, а средний результат анализа стандартного образца не должен отличаться от аттестованной массовой доли определяемого компонента более чем на половину величины допускаемого расхождения для соответствующего интервала концентраций. Результат, удовлетворяющий перечисленным требованиям, принимают за окончательный.

Если расхождение между результатами параллельных измерений пробы или стандартного образца превышает допускаемые величины, проводят повторные измерения; если и при повторных измерениях хотя бы одно из указанных расхождений превысит допускаемую величину, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

При отсутствии стандартных образцов контроль осуществляют по стандартным растворам методом добавок либо методом варьирования масс навесок, или другими методами.

18. Расхождение результатов определений в двух лабораториях не должно превышать допустимого расхождения между результатами двух параллельных определений.

19. Температура воздуха в помещении, относительная влажность и барометрическое давление должны соответствовать нормам, установленным для них в нормативно-технической документации по эксплуатации приборов и оборудования.

20. При проведении анализов физико-химическими методами применяют фотоэлектроколориметры, спектрофотометры, атомно-абсорбционные спектрофотометры, пламенные фотометры и др. Нестандартизованные средства измерения должны быть аттестованы по ГОСТ 8.326—78.

21. При эксплуатации электронагревательного оборудования погрешность измерения температуры не должна превышать:

± 5 °С для 100—400 °С, ± 20 °С для 400—800 °С, ± 50 °С для 800—1100 °С.

22. Для заполнения эксикаторов используют плавленный хлористый кальций или силикагель, окрашенный хлористым кобальтом.

23. Обеспечение требований безопасности труда — по ГОСТ 12.1.007—76 и нормативно-технической документации.

Группа И29

Изменение № 1 ГОСТ 2642.0—86 Материалы и изделия огнеупорные. Общие требования к методам анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 11.04.90 № 854

Дата введения 01.01 91

На обложке и первой странице под обозначением стандарта заменить обозначение **СТ СЭВ 966—78** на **СТ СЭВ 966—89.**

Пункт 1 Заменить ссылку СТ СЭВ 966—78 на СТ СЭВ 966—89

Пункт 2 Заменить ссылку ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86

Пункт 2 2 Заменить значение: 600 на 900

Пункт 3. Исключить ссылку: СТ СЭВ 1247—78.

Пункт 4 дополнить абзацем «Для приготовления стандартных растворов применяют металлы или другие реактивы, содержащие не менее 99,99 % основного вещества».

Пункт 5 после слов «воду по ГОСТ 6709—72» дополнить словами: «или деионизированную воду»

Пункт 9 Заменить значение 75 °С на 65 °С (2 раза);

дополнить абзацем «При доведении раствора в измерительной посуде до метки его температура должна быть (20±3) °С»

Пункт 10 изложить в новой редакции «10. Числовые значения массовой концентрации стандартных растворов и соотношения растворов, полученные на основании трех параллельных определений, округляют до четвертого десятичного знака»

Пункт 11 Заменить ссылку ГОСТ 24104—80 на ГОСТ 24104—88

(Продолжение см. с. 156)

Пункт 12 изложить в новой редакции «12 При применении фотометрических методов анализа, кюветы выбирают с такой толщиной поглощающего свет слоя, при которой измерения проводились бы в оптимальной области оптической плотности»

Стандарт дополнить пунктом — 12*а* (после п 12) «12а При атомно абсорбционном методе настройку приборов по параметрам (давление газов, положение горелки, режим питания источника излучения) выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора

Реагенты, добавляемые в стандартные растворы при градуировке прибора для имитации состава анализируемых проб или используемые для устранения помех при анализе, должны иметь квалификацию (о с) или (х ч)»

Пункт 13 Первый, второй абзацы изложить в новой редакции «Градуировочные графики строят в прямоугольных координатах по оси абсцисс откладывают числовое значение концентрации или массы элемента, по оси ординат — аналитический сигнал (оптическую плотность раствора, силу тока и др)

Для построения градуировочного графика требуется не менее пяти точек, равномерно распределенных по диапазону измерений, каждую точку строят по средним арифметическим результатам трех параллельных определений Первая и последняя точки соответствуют пределам концентрационного диапазона определения

Растворы для построения градуировочного графика готовят параллельно с анализом

Дополнительные указания по условиям построения градуировочного графика приводят в конкретных стандартах на методы анализа»

Пункт 16 Первый, второй абзацы изложить в новой редакции «Контроль точности результатов анализа пробы проводят по стандартным образцам с каждой партией проб Если используют стандартные образцы для градуировки прибора, то для контроля точности результатов выбирают другие стандартные образцы»

Пункт 22 дополнить словами «и высушенный при температуре 200—300 °С»

(ИУС № 7 1990 г)

Изменение № 2 ГОСТ 2642.0—86 Материалы и изделия огнеупорные. Общие требования к методам анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 116

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа**

Regractories and refractory raw materials. General reguirements for methods of analysis».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначения: **(СТ СЭВ 966—89, СТ СЭВ 2214—80, СТ СЭВ 2885—81).**

Пункт 1. Первый абзац. Заменить слова: «огнеупорные глины» на «огнеупорное сырье — глины»; «материалы, массы» на «материалы — массы, мертели, порошки»; «магнезиальные» на «высокомагнезиальные; «химического анализа» на «химического и физико-химического анализа»;

(Продолжение см. с. 112)

третий абзац исключить.

Пункт 2. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «Для химического анализа отбирают среднюю пробу массой не менее 200 г размером частиц не более 2 мм, перемешивают и последовательно сокращают квартованием до массы не менее 20 г. Если в процессе подготовки проба была загрязнена металлическими частицами, их удаляют магнитом. Обработка магнитом не допускается, если проба содержит магнитные минералы.

Полученную таким образом пробу измельчают до полного прохождения через сетку № 0063 по ГОСТ 6613—86 в приспособлениях, исключающих загрязнение пробы. При измельчении высокоглиноземистых и корундовых материалов используются корундовые ступки или машины для истирания с помольной поверхностью из корунда или карбида вольфрама».

Пункты 3—5 изложить в новой редакции: «3. Лабораторная посуда и приборы (пипетки, бюретки, мерные колбы, тигли, лодочки, чашки и др.) — по ГОСТ 1770—74, ГОСТ 20292—74, ГОСТ 25336—82, ГОСТ 9147—80 и ГОСТ 6563—75. Допускается применение другой посуды (поверенной по ГОСТ

(Продолжение см. с. 113)

8.234—77) и оборудования, удовлетворяющих требованиям вышеуказанных стандартов.

4. Применяемые реактивы должны иметь степень чистоты не ниже «ч.д.а.».

Стандартные растворы готовят из реактивов квалификации не ниже «х.ч.» или из металлов с массовой долей основного вещества не ниже 99,9 %.

Необходимость установления других требований к реактивам и стандартным растворам указывается в соответствующих стандартах на методы анализа.

5. Для приготовления водных растворов при проведении анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72 или деионизированную воду».

Пункт 6 дополнить словами: «массовая доля и объемная доля — %, плотность — г/см^3».

Пункт 9. Первый абзац изложить в новой редакции: «Понятия «комнатная температура»; «теплая» или «горячая» вода (раствор) означают, что жидкость имеет температуру соответственно 15—25 °С, 40 – 65 °С или свыше 65 °С».

Пункт 10 дополнить словами: «Допускается устанавливать массовую концентрацию стандартных растворов по стандартным образцам».

Пункт 11 изложить в новой редакции: «11. Взвешивание навесок проб, материалов для приготовления стандартных растворов, осадков проводят на лабораторных весах общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или на других весах, отвечающих указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам».

Пункт 12. Исключить слово: «свет»;

дополнить абзацем (перед первым): «При использовании инструментальных методов анализа необходимо выбирать оптимальные условия измерения аналитического сигнала, обеспечивающие необходимую чувствительность и точность в зависимости от применяемого метода, типа прибора, определяемого элемента и массовой доли его в анализируемой пробе».

Пункт 13 дополнить абзацем: «Допускается использовать метод сравнения аналитических сигналов пробы и стандартного раствора определяемого элемента или раствора стандартного образца».

(Продолжение см. с. 114)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2642.0—86)

Пункт 15 изложить в новой редакции: «15. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение погрешности Δ».

Пункт 16 дополнить абзацем: «При отсутствии стандартного образца контроль правильности результата анализа осуществляют методом добавок или анализом синтетических смесей».

Пункт 17 изложить в новой редакции; дополнить пунктами — 17.1—17.4: «17. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности 0,95) не превышает Δ в процентах, приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа при выполнении условий, приведенных в пп. 17.1—17.4.

17.1. Расхождение результатов двух параллельных измерений не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения d_2, приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа.

17.2. Воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли компонента не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности 0,85) значение δ, приведенное в соответствующем стандарте на методы анализа.

17.3. При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторный анализ. Если и при повторном анализе требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, анализ прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

17.4. Расхождение двух средних результатов анализа, полученных в различных условиях (разными исполнителями, в разное время и др.), не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения d_k, приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа».

Пункт 18 исключить.

Пункт 20. Заменить ссылку: ГОСТ 8.326—78 на ГОСТ 8.326—89.

(ИУС № 5 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru